



Search



List



First



Prev



Next



Last

MicroPatent's Patent Index Database: Record 3 of 5 [Individual Record of JP3115400A]

Order This Patent

Family Member(s)

JP3115400A ☐ 19910516 FullText

**Title:** (ENG) FORMATION OF DETERGENT GRANULE BY DEAGGLOMERATION OF DETERGENT DOUGH LIKE MATTER

**Abstract:** (ENG)

**PURPOSE:** To generate freely flowable non-sticky particles by forming dough like lumps from water, a surfactant and a deagglomeration agent and applying the lumps to a high shearing mixer to coat formed particles to prevent the re-coagulation of particles.

**CONSTITUTION:** About 5-40 wt.% (pref., 5-15 wt.%) of water (A), about 20- 90 wt.% (pref., about 25-60 wt. %) of a component (B) selected from an anionic, dipolar, cationic, amphoteric and nonionic surfactant, a water- soluble org. polymer, a detergent builder and a mixture of them and about 0-25 wt.% (pref., 0-5 wt.%) of a deagglomeration agent (C) with an average particle size of about 200 µm or less (pref., 100 µm or less) are uniformly mixed to form dough like lumps which are, in turn, applied to a high shearing mixer along with the component C in a ratio of about (9:1)-(1:5) to be mixed at a tip speed of about 10 m/sec or more to obtain objective detergent particles.

**Application Number:** JP 15249290 A

**Application (Filing) Date:** 19900611

**Priority Data:** US 36472589 19890609 A X;

**Inventor(s):** JIYON MAIKERU JIYORIKOUAA

**Assignee/Applicant/Grantee:** PROCTER & GAMBLE

**Original IPC (1-7):** C11D01100; C11D01002; C11D01002; C11D00114; C11D00122; C11D00172; C11D00112; C11D00337; C11D00306; C11D00308

**Other Abstracts for Family Members:** DERABS C90-370121



Search



List



First



Prev



Next



Last

Copyright © 2002, MicroPatent, LLC. This content is the property of MicroPatent, LLC and may be used without limitation in text, brief, etc., provided that the source is acknowledged. The patent number page cannot be reproduced without the express permission of the owner.

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報(A)

平3-115400

⑫ Int. Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成3年(1991)5月16日

C 11 D 11/00  
10/02

7614-4H  
※

審査請求 未請求 請求項の数 10 (全14頁)

⑭ 発明の名称 洗剤ドウ状物のデアグロメレーションによる洗剤粒状物の形成法

⑮ 特 願 平2-152492

⑯ 出 願 平2(1990)6月11日

優先権主張 ⑰ 1989年6月9日 ⑱ 米国(U S) ⑲ 364725

⑳ 発 明 者 ジョン、マイケル、ジョーリコウアー アメリカ合衆国オハイオ州、シンシナチ、リツドル、ロード、700、アパートメント、614

㉑ 出 願 人 ザ、プロクター、エンド、ギャンブル、カンパニー アメリカ合衆国オハイオ州、シンシナチ、ワン、プロクター、エンド、ギャンブル、プラザ(番地なし)

㉒ 代 理 人 弁理士 佐藤 一雄 外2名  
最終頁に続く

#### 明 細 書

##### 1. 発明の名称

洗剤ドウ状物のデアグロメレーションによる  
洗剤粒状物の形成法

##### 2. 特許請求の範囲

###### 1. 洗剤粒状物の製造工程において、

(a) 重量%で、

(1) 約5%乃至約40%、好ましくは5%  
乃至15%の水と、

(2) 陰イオン、双性イオン、陽イオン、両  
性および非イオン界面活性剤、水溶性有機重合体、  
洗剤ビルダおよびそれらの混合物から成るグルー  
プから選定された約20%乃至約90%、好まし  
くは25%乃至約60%の成分と、

(3) 約200ミクロン以下、好ましくは  
100ミクロン以下の平均粒径を有する微細粉末  
であるデアグロメレーション剤0%乃至約25%、  
好ましくは5%以下との実質的に均一な混合物か

ら成るドウ状塊を形成する段階と、

(b) 前記ドウ状塊を、約200ミクロン以下  
の平均粒径を有する微細粉末である有効量のデア  
グロメレーション剤と、高剪断ミキサ中において  
毎秒約10メートル以上のチップ速度で混合し、  
その際にドウ状塊とこの(b)段階で添加される  
デアグロメレーション剤との比率を約9:1乃至  
約1:5とする段階とを含む洗剤粒状物の製造法。

2. 段階(a)における前記のドウ状塊が水  
以外の1つ以上の成分を含む時には、段階(a)  
において添加されるすべての成分が35℃乃至  
100℃、好ましくは40℃乃至80℃、最も好  
ましくは50℃乃至70℃の温度で前記のドウ状  
塊の中に混練される事の特徴とする請求項1に記  
載の方法。

3. 段階(a)(2)における前記成分は陰  
イオン界面活性剤、好ましくはC<sub>10-18</sub>アルキル  
硫酸塩、または陰イオン界面活性剤と非イオン界  
面活性剤と水溶性有機重合体と洗剤ビルダとの混  
合物である事の特徴とする請求項1または2のい

ずれかに記載の方法。

4. 前記陰イオン界面活性剤は  $C_{10-18}$  アルキル硫酸塩と  $C_{10-18}$  線状アルキルベンゼンスルホン酸塩との 2 : 1 乃至 1 : 2 の比率の混合物であり、また前記非イオン界面活性剤は  $C_{12-15}$  アルコールとアルコール 1 モルあたり 5 乃至 20 モルの酸化エチレンとの縮合生成物である事の特徴とする請求項 1、2 または 3 のいずれかに記載の方法。

5. 前記段階 (a) (2) の前記成分は、4,000 乃至 100,000、好ましくは 5,000 乃至 10,000 の分子量のポリアクリレート重合体と、分子量 2,000 乃至 50,000、好ましくは 4,000 乃至 10,000 のポリエチレングリコールと、その混合物とから成るグループから選定された水溶性有機重合体を含み、またリン酸塩、炭酸塩、ケイ酸塩、 $C_{10-18}$  脂肪酸、ポリカルボキシレートとそれらの混合物から成るグループから選定され、好ましくはトリポリリン酸ナトリウム、ピロリン

酸四ナトリウム、クエン酸塩、酒石酸コハク酸、ケイ酸ナトリウム、およびそれらの混合物から成るグループから選定された洗剤ビルドを含む事を特徴とする請求項 1、2、3 または 4 のいずれかに記載の方法。

6. 前記のデアグロメレーション剤はアルミノケイ酸塩、粉末炭酸塩、粉末トリポリリン酸塩、粉末ピロリン酸四ナトリウム、クエン酸塩、硫酸塩、およびその混合物から成るグループから選定される事を特徴とする請求項 1、2、3、4 または 5 のいずれかに記載の方法。

7. 前記デアグロメレーション剤はアルミノケイ酸ナトリウムであり、またドウ状塊とアルミノケイ酸ナトリウムの比率は 4 : 1 乃至 1 : 2 である事を特徴とする請求項 1、2、3、4、5 または 6 のいずれかに記載の方法。

8. 前記高剪断ミキサは毎秒 20 乃至 35 メートルのチップ速度を有する事を特徴とする請求項 1、2、3、4、5、6 または 7 のいずれかに記載の方法。

9. 前記洗剤粒状物は、0 乃至 50% (仕上がり生成物の重量%) の、水溶性中性またはアルカリ性塩、泡立ち制御剤、汚れ懸濁剤、汚れ放出剤、殺菌剤、pH 調整剤、キレート化剤、スメクタイト粘土、酵素-安定化剤、香料、蛍光増白剤、およびその混合物から成るグループから選定された添加剤成分を含む事を特徴とする請求項 1、2、3、4、5、6、7 および 8 のいずれかに記載の方法。

10. 請求項 1、2、3、4、5、6、7、8 および 9 のいずれかに記載の方法によって製造された洗剤粒状物。

### 3. 発明の詳細な説明

#### (産業上の利用分野)

本発明は洗剤粒状物 (detergent granule) の製造法に関するものであり、またこの方法によって製造された洗剤粒状物に関するものである。さらに詳しくは、本発明は水および界面活性剤および/または水溶性有機重合体

および/または洗剤ビルドを含有するドウ状塊 (doughy mass) を形成する段階と、前記ドウ状塊をデアグロメレーション剤と高剪断速度で混合する段階によって洗剤粒状物を製造する方法に関するものである。また好ましくは中性またはアルカリ性塩、洗剤ビルドおよびその他の通常の洗剤成分は前記のデアグロメレーション剤の添加前にドウ状の塊に混練する事ができる。デアグロメレーション剤は約 200 ミクロン以下の平均粒径を有する微細粉末であって、最も好ましくはアルミノケイ酸ナトリウムである。

#### (従来技術と問題点)

現在、洗剤工業においては濃縮洗剤生成物に関心がある。これらの生成物は、消費者にとっては少量で使用する事ができ貯蔵が容易な利点があり、メーカーおよび仲介業者にとっては輸送コストと貯蔵コストが低いという利点がある。しかしこの場合の重要な問題点は、濃縮洗剤生成物の中に混入するための緻密洗剤粒状物の比較的低コストの効率的製法を発見することにある。

従来の洗剤粒状物製造法は噴霧乾燥法である。代表的には、界面活性剤、ビルダ、ケイ酸塩および炭酸塩などの洗剤成分を混合タンクの中で混合して、水分約35%～50%のスラリーを形成する。つぎにこのスラリーを噴霧乾燥塔の中に噴霧して水分を約10%以下まで低下させる。噴霧乾燥された粒子を圧縮して緻密洗剤粒状物を製造する事ができる。米国特許第4,715,979号参照。しかし緻密粒状物の製造のために噴霧乾燥法を使用する方法は若干の問題点がある。噴霧乾燥工程はエネルギーを消費し、また一般に得られた粒子が濃縮洗剤生成物の中に使用できる程度に凝縮されていない。また噴霧乾燥法は一般に環境保全および安全上の理由から限られた量(40%以下)の界面活性剤などの有機成分を使用する。

緻密洗剤粒状物を製造する他の技術は下記の特願に記載されている。

特開昭61-118500は、洗剤組成物の材料を連続的に混練し、少なくとも30%の界面活性剤を含有するこれらの材料を気密型混練装置の

中に0.01-5kg/cm<sup>2</sup>Gの制御圧をもって導入する事を特徴とする濃縮洗剤組成物の製造法を開示している。

特開昭62-263299号は、40℃以下の温度で液状またはペースト状の非イオン界面活性剤20-50重量%と、(A)/(B)=75/25-25/75重量比の成分(A)ゼオライトと成分(B)軽量炭酸ナトリウムとの混合物50-80重量%とから成る原料混合物を均一に混練し混合して固体洗剤を形成する段階と、つぎにこの固体洗剤を造粒する段階とによって粒状非イオン洗剤組成物を調整する方法を開示している。

特開昭61-231099号は、(a)非イオン界面活性剤と、(b)ポリカルボン酸重合体またはその塩と、(c)ポリエチレングリコールとを含有し、ここに(a)の量は25-50重量%、(b)と(c)の合計量は2-10重量%とし、(b):(c)比は1/3乃至6/1とする濃縮粉末洗剤を開示している。またこの洗剤は0-10重量%の水溶性中性無機塩を含有する。この

生成物を得るための粉砕工程が7頁に記載されている。

特開昭60-072999号は、スルホン酸塩および/または硫酸塩を炭酸ナトリウムおよび水と高剪断ミキサの中で混合し、40℃以下に冷却し、つぎにゼオライト粉末およびその他の洗剤成分と共に噴霧する高濃度粉末洗剤の製造法を開示している。

特開昭62-45696号は、洗剤組成物を混合噴霧し、つぎにこれを非水溶性ミクロ粉末(5-35%ゼオライト)によって被覆して緻密粒状洗剤組成物を製造する方法を開示している。

洗剤粒状物を形成するために、粉砕、破砕または押しだしなどの機械的方法を使用する事に伴っていくつかの問題点が生じる。粉砕、破砕または押しだし機構中の温度が上昇するに従って、洗剤材料のビルドアップ、塗布およびスクリーンの目づまりの生じる可能性がある。湿った空気条件も装置中の洗剤ビルドアップを助長する。これらの問題点は一般に組成物中の有機材料のレベルが高い

ほど大きい。

米国特許第4,515,707号に開示の方法によれば、無水脂肪酸アルコール硫酸またはエトキシ化脂肪酸アルコール硫酸を高剪断ミキサの中で粉末トリポリリン酸ナトリウムの存在において乾燥炭酸ナトリウム粉末によって中和する。このように乾燥された粉末状の中和反応生成物を洗剤バーの製造に使用するまで貯蔵し、つぎに洗剤バーの液体成分と混合して通常の洗剤バー製造段階を実施する。

カナダ特許第1070210号は、界面活性剤加工物と、本質的にある種の炭酸塩と0-40%およびその他の添加剤とから成る濃密洗剤組成物とから成る乾燥配合濃縮組成物を開示している。

欧州特願第266847-A号は、線状アルキルベンゼンスルホン酸を炭酸ナトリウムと乾燥混合する段階と、この混合物を苛性溶液をもって中和してペースト塊を形成する段階と、活性有機酸および充填剤と配合する段階とを含む有機酸含有可塑性ペースト状洗剤組成物の製造法を開示して

いる。これらの組成物は石鹼カスおよび石灰薄片を落とすために浴用こすりパッドなど各種の用途に使用できると述べられている。また各成分の添加順序によって所望のペースト塊が得られると記載されている。

係属中の米国特願第 213, 575 号は、(a) 少なくとも 40% の洗浄活性を有する有効量の水性界面活性剤ペーストと、有効量の乾燥洗浄ビルダとを 0.05:1~1.5:1 の比率で混合する段階と、(b) 前記混合物から約 15℃~約 35℃ の温度の均一ドウ状塊を急速に形成する段階と、(c) 前記ドウ状塊を -25℃ 乃至約 20℃ の造粒温度まで冷却する段階と、(d) 前記冷却されたドウ状塊を約 5-50m/秒のチップ速度で微細分散混合する事により別々の洗剤粒状物に造粒する段階とを含む自由流動性粒状洗剤の製造法に関するものである。

係属中の米国特願第 288, 759 号は、高活性界面活性剤ペーストから微細分散造粒工程によって濃縮界面活性剤粒剤を製造する工程に関する

るドウ状塊を形成する段階と、

(b) 前記ドウ状塊を、約 200 ミクロン以下の平均粒径を有する微細粉末としての有効量のデアグロメレーション剤と、高剪断ミキサ中において毎秒約 10 メートル以上のチップ速度で混合し、その際にドウ状塊とこの (b) 段階で添加されるデアグロメレーション剤との比率を約 9:1 乃至約 1:5 とする段階とを含む洗剤粒状物の製造法に関するものである。

#### 【発明の具体的説明】

本発明は、水および界面活性剤および/または水溶性有機重合体および/または洗剤ビルダから成るドウ状塊を形成し、つぎに前記ドウ状塊を高剪断ミキサ中においてデアグロメレーション剤と共に造粒する事によって洗剤粒状物を製造する方法を含む。この方法によって製造された洗剤粒状物も請求される。

この方法の第 1 段階は、前記段階 (a) の各成分によってドウ状塊を形成する。これらの成分について下記に説明する。

ものである。この方法は下記の段階を含む。

A. 約 50% の洗浄活性を有する界面活性剤ペーストを混合する段階と、

B. 前記ペーストを約 -65~25℃ の造粒温度まで冷却する段階と、

C. 約 0.1-10 分間、約 5-50m/秒の混合チップ速度の微細分散混合工程によって、前記の冷却されたペーストを別々の界面活性剤粒状物に造粒する段階。

#### 【発明の概要】

本発明は、洗剤粒状物の製造工程において、

(a) 重量%で、

(1) 約 5% 乃至約 40% の水と、

(2) 陰イオン、双性イオン、陽イオン、両性および非イオン界面活性剤、水溶性有機重合体、洗剤ビルダおよびそれらの混合物から成るグループから選定された約 20% 乃至約 90% の成分と、

(3) 約 200 ミクロン以下の平均粒径を有する微細粉末としてのデアグロメレーション剤 0% 乃至約 25% との実質的に均一な混合物から成

段階 (a) の第 1 成分は水である。ドウ状塊中の水含有レベルは、造粒作用が生じて仕上がり粒状物がねばつかにように、約 5~約 40 重量% に制限される。これより高い水含有量なら、ドウ状塊は高剪断混合の連続中にデアグロメレーション剤によって造粒されるよりは、デアグロメレーション剤を吸収する。ドウ状塊中の水含有レベルは好ましくは約 5%~約 20%、最も好ましくは約 5%~約 15% である。仕上がり洗剤粒状物中の水含有レベルは約 20% 以下、好ましくは約 15% 以下、最も好ましくは約 13% 以下とする。

ドウ状塊が水以外に複数成分を含む場合、すべての成分を段階 (a) において (任意順序で) 好ましくは約 35℃ 乃至約 100℃ の温度で混練して実質的に均一な混合物とする事によってドウ状塊を形成する。ドウ状塊温度が高すぎると (約 100℃ 以上)、ドウ状塊は温度にねばつき、段階 (b) においてデアグロメレーション剤によって造粒されるよりはデアグロメレーション剤を吸収する。アルキル硫酸ナトリウムまたは水溶性有

機重合体などの単一成分から成るドウ状塊を使用する場合、この単一成分がドウ状塊として作用しすでに水を含有するので、ドウ状塊を混練する必要はない。線状アルキルベンゼンスルホン酸塩およびアルキル硫酸塩などの界面活性剤の場合、中和された生成物（「単一成分」）をドウ状塊中においてまたはドウ状塊として使用する事ができ、あるいは界面活性剤を第1段階の一部としてミキサ中において中和する事ができる。

ドウ状塊の好ましい温度範囲は、約40～80℃で、最も好ましくは約50～70℃の範囲である。低すぎる温度（約35℃以下）においては、ドウ状塊が粘りすぎて、ミキサの剪断作用とデアグロメレーション剤によって効果的に剪断されない。冷たいドウ状塊の造粒は、前記のように粉碎装置を使用して実施しなければならない。また冷温はドウ状塊のねばつきを低下させ、これにより段階（b）においてデアグロメレーション剤が形成粒子の外側面に固着する事を阻害する。本発明の方法においては、デアグロメレーション剤が形成粒

25%以上がデアグロメレーション剤であれば、デアグロメレーション剤が第2段階において添加される時に、ドウ状塊は造粒に通したコンシステンシーを有しないであろう（きわめて粘性となるう）。

本発明の方法の第2段階は、第1段階によって形成されたドウ状塊を高剪断ミキサの中において、毎秒約10メートル以上のチップ速度で、粒状物が形成されるまでデアグロメレーション剤と混合する。デアグロメレーション剤は一度に全部添加する事ができ、あるいは好ましくはもっとゆっくり添加する事ができる。最も好ましくは約1分の期間で添加する。毎秒約10メートル以下のチップ速度では、効果的造粒を実施するに十分な強さの剪断作用を生じないであろう。適当なチップ速度は、ドウ状塊のコンシステンシーと高剪断ミキサの型とに依存して選定される。好ましいチップ速度は毎秒約15メートル以上、最も好ましくは約20～35メートルの範囲内である。通常、造粒はデアグロメレーション剤添加終了から数分

子を被覆し、これらの粒子の再凝結を防止し、自由流動性の非粘着性粒子を生じると思われる。

混練は一般にミキサ中において実施されるが、本発明の工程の第2段階においては高剪断ミキサが必要である。適当なミキサの例は、

Cuisinart<sup>®</sup>ミキサ、

Lancaster<sup>®</sup>ミキサおよび

Eirlich<sup>®</sup> Intensive

Mixerである。しかし所望ならば、ドウ状塊を例えばSigma<sup>®</sup>ミキサまたは押しだし器の中で混練し、つぎに造粒段階（本発明の（b）段階）においてEirlich<sup>®</sup>

Intensive Mixerなどの高剪断ミキサに移す事ができる。ミキサの作動速度と混練段階の時間は、ミキサの種類と使用される成分とに対応して変動する。混練は、均一ドウ状塊を得るのに十分な速度と時間で実施される。

ドウ状塊の約25%、好ましくは約15%以下、最も好ましくは約5%以下（重量%）がデアグロメレーション剤で構成されなければならない。

（約3～5分）以内に生じる。

段階（a）で形成されるドウ状塊と段階（b）で添加されるデアグロメレーション剤との比率は約9：1乃至約1：5、好ましくは約4：1乃至約1：2、最も好ましくは約3：1ないし約1：1の範囲内である。

第1段階の成分は水および界面活性剤および／または水溶性有機重合体および／または洗剤ビルダ、および好ましくはこれらの混合物である。オプションとしてまた好ましくは、中性またはアルカリ性の塩およびビルダを添加する。これらを任意の順序で結合する事ができる。好ましくは、ドウ状塊に対して他の通常の洗剤成分を添加する事ができる。

第2段階の添加成分はデアグロメレーション剤である。工程成分、およびこの工程によって製造される緻密洗剤粒状物について下記に説明する。

段階（a）のドウ状塊は、約5%乃至約40%の水と、陰イオン、双性イオン、陽イオン、両性および非イオン界面活性剤、水溶性有機重合体、

有機ビルダおよび好ましくはそれらの混合物から成るグループから選定された約20%乃至約90%、好ましくは約25%乃至約60%、最も好ましくは約30%乃至約50%の成分とを含む。また段階(a)のドウ状態は0乃至25%のデアグロメレーション剤を含有する事ができる。

#### A. 界面活性剤

好ましい洗剤界面活性剤は下記のとおりである。これは陰イオン、非イオン、双性イオン、両性および陽イオンクラスの界面活性剤およびその混合物から選定される。本発明において使用できる洗剤界面活性剤は米国特許第3,664,961号および米国特許第3,919,678号に列挙されている。有効な陽イオン界面活性剤は米国特許第4,222,905号および米国特許第4,239,659号に記載されている。これらの界面活性剤のうち、陰イオン界面活性剤と非イオン界面活性剤が好ましく、陰イオン界面活性剤が最も好ましい。下記は本発明の粒状物において有効に使用される洗剤界面活性剤の代表例である。

カリウムアルキル硫酸塩、特にタローまたはココナツ油のグリセリドの還元によって製造された高級アルコール( $C_8-C_{18}$ 炭素原子)の硫酸処理によって得られたもの、およびアルキル基が約8乃至15炭素原子を直鎖または枝分かれ鎖状に含むアルキルベンゼンスルホン酸のナトリウムおよびカリウム塩、例えば米国特許第2,220,099号および米国特許第2,477,383号に記載のものである。特に有効なものは、アルキル基中の炭素原子の平均数が約11乃至13の線状直鎖アルキルベンゼンスルホン酸塩、略称 $C_{11-13}LAS$ である。

本発明に使用される他の陰イオン界面活性剤は、アルキルグリセリルエーテルスルホン酸ナトリウム、特にタローおよびココナツ油から誘導された高級アルコールのこの種のエーテル；ココナツ油脂肪酸モノグリセリドスルホン酸および硫酸ナトリウム；分子あたり約1〜約10ユニットの酸化エチレンを含有しアルキル基が約8乃至約12の炭素原子を含むアルキルフェノール酸化エ

高脂肪酸の水溶性塩、すなわち「石鹸」は本発明の組成物において有効な陰イオン界面活性剤である。これは約8〜24炭素原子、好ましくは約12〜約18炭素原子を含有する高級脂肪酸のナトリウム、カリウム、アンモニウムおよびアルキロールアンモニウム塩などのアルキル金属石鹸を含む。石鹸は脂肪または油の直接鹸化によって、または遊離脂肪酸の中和によって製造する事ができる。特に有効なものは、ココナツ油とタローから誘導された脂肪酸混合物のナトリウムおよびカリウム塩、すなわちナトリウムまたはカリウムタローおよびココナツ石鹸である。

また有効な陰イオン界面活性剤は、約10乃至約20の炭素原子を有するアルキル基とスルホン酸エステルまたは硫酸エステル基を分子構造の中に有する有機硫酸反応生成物の水溶性塩、好ましくはアルカリ金属、アンモニウムおよびアルキロールアンモニウム塩を含む(この場合、「アルキル」とはアシル基のアルキル部分を含む)。これらの合成界面活性剤の例は、ナトリウムおよび

チレンエーテルの硫酸のナトリウム塩またはカリウム塩；分子あたり約1〜約10ユニットの酸化エチレンを含有しアルキル基が約10乃至約20の炭素原子を含むアルキル酸化エチレンエーテル硫酸のナトリウム塩またはカリウム塩である。

本発明において使用される他の有効な陰イオン界面活性剤は脂肪酸基中に約6〜20炭素原子を含むエステル基の中に約1〜10炭素原子を含むアルファスルホン化脂肪酸のエステルの水溶性塩；あるいはアシル基の中に約2〜9炭素原子を含むアルカンモイエティの中に約23炭素原子を含む2-アシルオキシアルカン-1-スルホン酸の水溶性塩；約12〜20炭素原子を含むオレフィンおよびパラフィンスルホン酸塩の水溶性塩；およびアルキル基の中に約1〜3炭素原子を含むアルカンモイエティの中に約8〜20炭素原子を含むベータ-アルコキシアルカンスルホン酸塩を包含する。

好ましい陰イオン界面活性剤は $C_{10}-C_{18}$ 線状アルキルベンゼンスルホン酸塩および $C_{10}-$

C<sub>18</sub>アルキル硫酸塩である。所望ならば、低水分（水分約25%以下）アルキル硫酸塩ペーストをドウ状塊中の唯一成分とする事ができる。最も好ましいのはこれらの両者の組合せである。本発明の好ましい実施態様においては、ドウ状塊はC<sub>10-13</sub>線状アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウムとC<sub>12-16</sub>アルキル硫酸ナトリウム塩との約2:1~1:2比の混合物を約20%乃至約40%含有する。

水溶性非イオン界面活性剤も本発明において有効である。このような非イオン材料は、酸化アルキレン基（親水性）を脂肪族またはアルキル芳香族の有機疎水性化合物と縮合する事によって製造された化合物を含む。特定の疎水性基と縮合されるポリオキシアルキレン基の長さを容易に調整して、親水性要素と疎水性要素との間の所望程度のバランスを有する水溶性化合物を得る事ができる。

適当な非イオン界面活性剤は、アルキルフェノールのポリ酸化エチレン縮合生成物、例えば約6~15炭素原子を直鎖または枝分かれ形状で有す

るアルキルフェノールと、このアルキルフェノール1モルあたり約3~12の酸化エチレンとの縮合生成物を含む。

約8~22炭素原子を直鎖または枝分かれ状態で含む脂肪族アルコールとこのアルコール1モルあたり3~12モルの酸化エチレンとの水溶性および水分散性縮合生成物も含まれる。

半極性非イオン界面活性剤は、約10~18炭素原子の1アルキルモイエティと、約1~3炭素原子のアルキルモイエティおよびヒドロキシアルキルモイエティから成るグループから選ばれた2モイエティとを含有する水溶性酸化アミン；約10~18炭素原子の1アルキルモイエティと、約1~3炭素原子のアルキル基およびヒドロキシアルキル基から成るグループから選ばれた2モイエティとを含有する水溶性酸化ホスフィン；および約10~18炭素原子の1アルキルモイエティと、約1~3炭素原子のアルキルモイエティおよびヒドロキシアルキルモイエティから成るグループから選ばれた1モイエティとを含有する水溶性

スルフォキシドとを含む。

好ましい非イオン界面活性剤は式

$R^1 (OC_2H_4)_n OH$ を有し、ここに $R^1$ はC<sub>10-16</sub>アルキル基またはC<sub>8-12</sub>アルキルフェニル基、またnは3~約80とする。

特に好ましいものは、C<sub>12-15</sub>アルコールとアルコール1モルあたり約5~約20モルの酸化エチレンとの縮合生成物、例えばC<sub>12-13</sub>アルコールとアルコール1モルあたり約6.5モルの酸化エチレンとの縮合生成物である。

両性界面活性剤は、複素環第2および第3アミンを有する脂肪族または脂肪族誘導体において、脂肪族モイエティが直鎖または枝分かれとし、また脂肪族置換基の1つが約8~18炭素原子を含み、また少なくとも1つの脂肪族置換基が陰イオン水溶性性基を含むものである。

双性イオン界面活性剤は、脂肪族置換基の1つが約8乃至18炭素原子を有する脂肪族、第4アンモニウム、フォスフォニウムおよびスルフォニウム化合物の誘導体を含む。

陽イオン界面活性剤も本発明において使用する事ができる。陽イオン界面活性剤は、陽イオン中の単数または複数の有機疎水性基および一般に酸基と結合した第4窒素を特徴とする各種の化合物を含む。五価窒素環化合物も第4窒素化合物とみなされる。適当な陽イオンはハライド、メチルサルフェートおよび水酸化物である。第3アミンは、約8.5以下のpHの洗濯液中において陽イオン界面活性剤と類似の特性を示す。本発明において使用されるこれらのまたその他の陽イオン界面活性剤のより詳細な説明は米国特許第4,228,044号に記載されている。

陽イオン界面活性剤はしばしば、洗剤組成物の中にファブリック軟化作用および/または静電防止作用を与えるために使用される。ある程度の軟化作用を示す好ましい静電防止剤は米国特許第3,936,537号に記載されている。

特に好ましくは、ドウ状塊の約20%~約40重量%が陰イオン界面活性剤、好ましくは

C<sub>10-18</sub>（最も好ましくはC<sub>10-13</sub>）線状アルキ



ルベンゼンスルホン酸塩とC<sub>10-18</sub>（最も好ましくはC<sub>12-18</sub>）アルキル硫酸塩との約2:1乃至約1:2の混合物とし、またドウ状塊の0%乃至約10重量%が非イオン界面活性剤、好ましくはC<sub>12-15</sub>アルコールとアルコール1モルあたり約5乃至約20モルの酸化エチレンとの縮合生成物とする。

#### B. 水溶性有機重合体

段階(a)のドウ状塊は好ましくは水溶性有機重合体を含有する事ができる。

この場合の適当な重合体は、不飽和脂肪族モノまたはポリカルボン酸のホモポリマーまたは共重合体を含む。好ましいカルボン酸はアクリル酸、ヒドロキシアクリル酸、メタクリル酸、マレイン酸、フマル酸、イタコン酸、アコニット酸、クロトン酸、およびシトロアコン酸である。ポリカルボン酸（例えばマレイン酸）をその無水物の形で重合し、つぎに加水分解する事ができる。共重合体は不飽和カルボン酸の混合物から他の共重合性単量体と共にまたは共重合性単量体なしで形成す

場合少なくとも約50%、好ましくは少なくとも約80重量%の酸から誘導されたユニットを含む。特に好ましい重合体はポリアクリル酸ナトリウムおよびポリヒドロキシアクリル酸ナトリウムである。最も好ましいのは、ポリアクリル酸ナトリウムである。他の特に好ましい重合体は、無水マレイン酸のホモポリマーおよび共重合体であり、特にエチレン、スチレンおよびビニルメチルエーテルとの共重合体が好ましい。これらの重合体はGantrez ANなどの商標で市販されている。

アクリル酸ホモポリマーおよび共重合体の重合反応は、アルカリ金属過硫酸塩、アシルおよびアリアル過酸化物、アシルおよびアリアルペルエステル、および脂肪族アゾ化合物などの遊離基開始剤を使用して実施される。この反応はインシチュ、または水性あるいは非水性溶液または懸濁液中で実施される。分子量を制御するために連鎖停止剤を添加する事ができる。前記の型の遊離基開始剤をベンゼンまたはアセトンなどの適当溶媒中にお

る事ができ、あるいは単独の不飽和カルボン酸から他の共重合性単量体と共に形成する事ができる。いずれの場合にも、非カルボン酸から誘導される重合体ユニットの重量%は好ましくは約50%以下とする。適当な共重合性単量体の例は塩化ビニル、ビニルアルコール、フラン、アクリロニトリル、酢酸ビニル、アクリル酸メチル、メタクリル酸メチル、スチレン、ビニルメチルエーテル、ビニルエチルエーテル、ビニルプロピルエーテル、アクリルアミド、エチレン、プロピレン、および3-ブテノン酸である。

スチレン、ビニルアルコール、塩化ビニルなどの適当な単量体のスルホン酸塩、硫酸塩、およびリン酸塩のホモポリマーおよび共重合体は本発明の実施に際して特に有効である。約2000乃至約6000の範囲内の分子量を有するスルホン酸ポリスチレンが特に有効である。

他の好ましい重合体はアクリル酸、ヒドロキシアクリル酸またはメタクリル酸およびその塩のホモポリマーおよび共重合体であって、共重合体の

いてまた溶媒なしで不活性ガス中で使用して無水マレイン酸の共重合体を合成する事ができる。これらの共重合技術は業界公知である。また前記重合体の製造のために単一の重合性脂肪族カルボン酸を使用する代わりにその2種または2種以上の混合物を使用する事ができる。

一般に、ペクチン、アルギン酸、アラビアゴムおよびカラギナン、および硫酸セルローズ、カルボキシメチルセルローズ、ヒドロキシプロピルセルローズおよびヒドロキシブチルセルローズなどのセルローズ誘導体など、天然重合体は本発明の実施に際して特に有効ではない。十分なイオン化性部位を有しないビニル重合体も特に有効ではない。

好ましい水溶性有機重合体は、約4,000乃至約100,000の分子量のポリアクリル酸塩およびポリアクリル酸塩-マレイン酸塩混合物、および約2,000乃至50,000の分子量のポリエチレングリコールである。約4,000乃至約10,000の分子量のポリエチレングリコ

ールが特に好ましい。

### C. 洗剤ビルダ

段階(a)のドウ状態は好ましくは第3成分：水溶性洗剤ビルダを含む。

ビルダは一般に各種の水溶性アルカリ金属、アンモニウムまたは置換アンモニウムのリン酸塩、ポリリン酸塩、ホスホン酸塩、ポリホスホン酸塩、炭酸塩、ケイ酸塩、ほう酸塩、ポリヒドロキシルフオン酸塩、ポリ酢酸塩、カルボン酸塩、およびポリカルボン酸塩から選定される。前記のアルカリ金属塩、特にナトリウム塩が望ましい。

また本発明においては、リン酸塩、炭酸塩、ケイ酸塩、C<sub>10-18</sub> 脂肪酸、ポリカルボン酸塩およびその混合物が好ましい。最も好ましいのは、トリポリリン酸ナトリウム、ピロリン酸、クエン酸、酒石酸、モノおよびジコハク酸四ナトリウム、ケイ酸ナトリウムおよびその混合物である（下記参照）。

無機リン酸ビルダの特定の例はトリポリリン酸ナトリウムまたはカリウム、ピロリン酸塩、約6

およびポリヒドロキシルフオン酸の各種アルカリ金属塩、アンモニウム塩、および置換アンモニウム塩を含む。ポリ酢酸とポリカルボン酸ビルダの例は、エチレンジアミンテトラ酢酸、ニトリルトリ酢酸、オキシジコハク酸、メリット酸、ベンゼンポリカルボン酸およびクエン酸のナトリウム塩、カリウム塩、リチウム塩、アンモニウム塩および置換アンモニウム塩である。

重合ポリカルボン酸ビルダは米国特許第3, 308, 067号に記載されている。これらの材料は、マレイン酸、イタコン酸、メサコン酸、フマル酸、アコニット酸、シトラコン酸、およびメチレンマロン酸などの脂肪族カルボン酸のホモポリマーおよび共重合体の水溶性塩を含む。これらの材料の一部は、後述のように水溶性陰イオン重合体として有効であるが、これは非石炭酸イオン界面活性剤と密接に混合した場合に限定される。

本発明において有効なビルダはカルボキシメチルオキシマロン酸、カルボキシメチルオキシコハク酸、シス-シクロヘキサヘキサカルボン酸、

乃至21の重合度を有する重合メタリン酸およびオルトリン酸ナトリウムおよびカリウムである。ポリホスホン酸ビルダの例は、エチレンジホスホン酸ナトリウムおよびカリウム、エタン1-ヒドロキシー-1, 1-ジホスホン酸ナトリウムおよびカリウム、エタン、1, 1, 2-トリホスホン酸ナトリウムおよびカリウムである。他のリン含有ビルダ化合物は米国特許第3, 159, 581号、第3, 213, 030号、第3, 422, 021号、第3, 422, 137号、第3, 400, 176号および第3, 400, 148号に記載されている。

無リン無機ビルダの例は、炭酸、重炭酸、セスキ炭酸、十水和四ほう酸のナトリウム塩とカリウム塩でありまたSiO<sub>2</sub>とアルカリ金属酸化物との比率が約0.5~約4.0、好ましくは約1.0~約2.4であるケイ酸ナトリウムおよびケイ酸カリウムである。

本発明において使用される水溶性無リン有機ビルダはポリ酢酸、カルボン酸、ポリカルボン酸、

シス-シクロペンタンテトラカルボン酸、フロログルシノール トリスルホン酸のナトリウムおよびカリウム、および無水マレイン酸とビニルメチルエーテルまたはエチレンとの共重合体である。

本発明に使用される他の適当なポリカルボン酸塩は米国特許第4, 144, 226号および第4, 246, 495号に記載のポリアセタールカルボン酸塩である。これらのポリアセタールカルボン酸塩は、グリオキシル酸のエステルと重合開始剤とを重合条件で反応させる事によって製造する事ができる。得られたポリアセタールカルボン酸エステルを化学的に安定な末端基に結合してポリアセタールカルボン酸塩をアルカリ性溶液中の急速な解重合に対して安定させ、対応の塩に転化し、つぎに洗剤組成物に添加する。

特に好ましいポリカルボン酸ビルダは、米国特許第4, 663, 071号に記載の酒石酸塩モノコハク酸および酒石酸ジコハク酸の組合せを含むエーテルカルボン酸ビルダ組成物である。

式SiO<sub>2</sub>・M<sub>2</sub>Oによって表され、ここにM

をアルカリ金属とし、約 0.5 乃至約 4.0 の  $\text{SiO}_2 : \text{M}_2\text{O}$  重量比を有する水溶性ケイ酸固体は、本発明の組成物において無水重量ベースで約 2%～約 15%、好ましくは約 3～8% のレベルで有効な塩である。無水または水和粒状ケイ酸塩を使用する事ができる。

#### D. その他の洗剤成分

本発明のドウ状塊は、好ましくは水溶性中性またはアルカリ性塩など、洗濯生成物または洗浄生成物において一般に含有されるその他の洗剤成分を洗剤粒剤の約 0～約 5 重量%含有する事ができる。

これらの洗剤成分は、泡立て剤または泡消し剤、変色防止剤および腐食防止剤、汚れ懸濁剤、汚れ放出剤、殺菌剤、pH 調整剤、非ビルダアルカリ源、キレート化剤、スメクタイト粘土、酵素安定剤、および香料を含む事ができる。米国特許第 3,936,537 号参照。米国特許第 4,412,934 号および米国特許第 4,483,781 号に記載の漂白剤および活性化剤を使用する事もで

きる。

好ましい洗剤添加剤は殺菌剤、汚れ放出剤、汚れ懸濁剤、および pH 調整剤である。漂白剤、酵素および泡調整剤などの他の添加剤は仕上がり粒状物の中に混入する事ができる。

本発明のドウ状塊は好ましくは 0～約 50%、好ましくは約 1～約 20%、さらに好ましくは約 2～約 15% 重量の水溶性中性またはアルカリ性塩を含有する事ができる。この中性またはアルカリ性塩は 7 またはこれ以上の溶液中 pH を有し、有機または無機とする事ができる。この塩は本発明の粒状物に対して所望の密度とカサとを与えるのに役立つ。一部の塩は不活性であるが、その多くは洗剤ビルダとしても機能する。

ナトリウム塩とカリウム塩はコストと特性の故に特に有効である。適当な塩は無機または有機とし、単量体または重合体とする事ができる。

中性水溶性塩の例は、アルカリ金属、アンモニウムまたは置換アンモニウムの塩化物と硫酸塩である。前記のアルカリ塩、特にナトリウム塩が好

ましい。代表的には硫酸ナトリウムが粒状物中に使用され、特に好ましい塩である。

漂白溶液の所望のアルカリ pH を保持するため、緩衝剤を使用する事ができる。

好ましいオブション成分は泡変性剤、特にシリコーンおよびシリカーシリコーン混合物などの泡抑止剤を含む。米国特許第 3,933,672 号および第 4,136,045 号はシリコーン泡制御剤を開示している。特に有効な泡抑止剤は米国特許第 4,073,118 号に記載の自己乳化性シリコーン泡抑止剤である。

前記の泡変成剤は、界面活性剤の約 2 重量%まで、好ましくは約 0.1～約 1-1/2 重量%のレベルで使用される。

本発明の組成物の中に使用される好ましい泡制御成分の他の例は、アルカリリン酸エステル、および 35～115℃ の融点を有し、100 以下の融点値を有する微結晶ワックスである。後者は米国特許第 4,056,481 号に詳細に記載されている。本発明に使用される他の泡制御剤は石鹼、

または米国特許第 2,954,347 号および第 2,954,348 号に記載の石鹼-非イオン混合物である。

#### E. デアグロメレーション剤

本発明の方法の第 2 段階は、段階 (a) で形成されたドウ状塊を、平均粒径約 200 ミクロン以下、好ましくは約 100 ミクロン以下、さらに好ましくは約 50 ミクロン以下、最も好ましくは約 10 ミクロン以下の微細粉末状のデアグロメレーション剤と、約 9:1～約 1:5、好ましくは約 4:1～約 1:2、最も好ましくは約 3:1～約 1:1 の比率で混合するにある。これは高剪断ミキサの中で毎秒約 10 メートル以上のチップ速度で、洗剤粒状物が形成されるまで実施される。

好ましいデアグロメレーション剤は、アルミノケイ酸塩、粉末トリポリリン酸塩、粉末ピロリン酸四ナトリウム、クエン酸塩、粉末炭酸塩、硫酸塩、およびその混合物から成るグループから選定される。さらに好ましいデアグロメレーション剤は、アルミノケイ酸ナトリウム、粉末トリポリリ

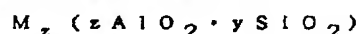
ン酸ナトリウム、粉末ピロリン酸四ナトリウム、およびその混合物から成るグループから選定される。最も好ましいものは、アルミノケイ酸ナトリウムである。

この場合の最も好ましいデアグロメレーション剤は水溶性結晶質（または無定形）アルミノケイ酸塩イオン交換物質である。本発明に使用するに適した結晶質物質は下記の式を有する：

$$\text{Na}_z[(\text{AlO}_2)_z \cdot (\text{SiO}_2)_y] \cdot x\text{H}_2\text{O}$$

ここに $z$ と $y$ は少なくとも約6、 $z$ と $y$ のモル比は約1.0乃至約0.5、また $x$ は約1.0乃至約264である。

本発明に使用するに適した無定形アルミノケイ酸物質の実験式は下記である：



ここに $M$ はナトリウム、カリウム、アンモニウムまたは置換アンモニウム、 $z$ は約0.5乃至約2、または $y$ は1であり、前記物質は無水アルミノケイ酸グラムあたり $\text{CaCO}_3$ 硬度の少なくとも約50mg当量のマグネシウムイオン交換容量を有

るいは粒状洗浄生成物の添加剤として使用する事ができる。例えば、このプロセスによって製造された高界面活性粒状物をベース洗剤粒状物（例えば噴霧乾燥洗剤）に混入して生成物の界面活性レベルを向上させる事ができる。このプロセスによって製造された高ビルダ粒状物を粒状硬面クリーナ、粒状漂白生成物、または洗剤生成物に混入してビルダレベルを上昇させる事ができる。

#### 〔実施例〕

下記の実施例は本発明による生成物のパラメータと組成とを示すためのものである。すべてのパーセント、部数、および比率は特記なきかぎり重量で示す。

する。

造粒は、ドウ状態に対してデアグロメレーション剤を高剪断速度で添加した直後に生じる。理論によって拘束されるつもりはないが、ドウ状態は高剪断ミキサ中において、ミキサの剪断作用とデアグロメレーション剤のデアグロメレーション特性と被覆作用とによって造粒されるものと考えられる。得られた粒状物は緻密で自由流動性である。粒状物の粒径分布は通常約100乃至約1200ミクロン、平均粒径は約400ミクロンである。好ましくはこれらの粒子は、約1200ミクロン以上の粒径の粒子を除去するため、ふるい分けされる。このプロセスによって形成された粒子のカサ密度はその組成に対応して、約500〜約1200グラム/リットル、代表的には約650〜約850グラム/リットルである。「平均」粒径とは、各粒子の粒径であって、粒子アグロメレート粒径ではない。

このプロセスによって形成された洗剤粒状物は単独で全洗剤配合物として使用する事ができ、あ

#### 実施例1

下記の粒状洗剤組成物を調製する。

成分	重量%	
	仕上がり製品	ドウ状態
C <sub>12</sub> 線状アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム	12.13	20.32
C <sub>14-15</sub> アルカリ硫酸ナトリウム	12.13	20.32
C <sub>12-13</sub> アルコールポリエトキシレート(6.5)	1.18	1.98
アルミノケイ酸ナトリウム	30.63	—
ポリアクリル酸ナトリウム(MW=4500)	3.73	6.25
炭酸ナトリウム	18.02	27.49
ケイ酸ナトリウム(2.0)	2.6	4.36
ポリエチレングリコール(MW=8000)	1.310	2.19
水	15.29	12.11
蛍光増白剤その他	残量	残量

ドウ状態：デアグロメレーション剤比=1.48:1

前記の洗剤組成物は下記の方法により、Eirich® Intensive Mixer の中で実施される。約5kgの組成物を下記のようにして形成する。

A. まずドデシルスルホン酸を軽(微細粒径)ソーダ灰(炭酸塩)によって乾燥中和する事によって $\text{NaC}_{12}\text{LAS}$ を形成する。Eirichミキサにファイングレードの軽ソーダ灰を装入する。つぎにこのソーダ灰に対してドデシルスルホン酸(④140F:60℃)を添加する。得られる塊を35秒間混合して、乾燥中和を開始させドウ状塊の形成を開始する。

B. ソーダ灰およびドデシルスルホン酸に対してアルキル硫酸ナトリウムを添加し、混合してドウ状塊を形成する。アルキル硫酸ナトリウムは、140F(60℃)の低水分ペースト(アルキル硫酸塩75%、水11%、ポリエチレングリコール8%、その他6%)として添加される。この段階の混合時間は75秒である。

C. 段階Bの混合物に対して、液状成分( $\text{C}_{12-13}$ )あるポリエトキシレートMW=4500-55%水溶液)を添加する。これらの液体を中に45秒間混入する。

D. 段階Cで形成されるドウ状塊に対して、少

量の粉末洗剤成分(中和された脂肪酸、ケイ酸ナトリウム、蛍光増光剤)を添加し30秒間混合してドウ状塊とする。

得られたドウ状塊は、約12%の水と、83%の陰イオン、陽イオン、両性および非イオン界面活性剤から成るグループから選ばれる成分と、水溶性有機重合体と、および/または洗剤ビルドを含む。

E. 前記段階A-Dによって形成されるドウ状塊(約12%の水分含有)をアルミノケイ酸ナトリウム(SAS)粉末をもって造粒する。水和ゼオライトAが使用されるSASである。これは3~5ミクロンの平均粒径を有する。SASはドウ状塊に対して45秒間添加される。デアグロメレーション剤(SAS)の添加中、Eirichミキサのロータのチップ速度は33m/秒である。つぎにドウ状塊を約3分間アト混合して、ドウ状塊造粒を完了する。

得られる洗剤粒状物をふるい分けして、100タイラメッシュ(約150ミクロン)粒径カット

上にスルー14タイラメッシュ(約1180ミクロン)を選択する。100タイラメッシュ粒径カット上のスルー14タイラメッシュは700g/Lのカサ密度を有する。

#### 実施例IIおよびIII

下記の粒状洗剤組成物を形成する。

##### 実施例II

成分	重 量 %	
	仕上がり製品	ドウ状塊
$\text{C}_{14-15}$ アルキル硫酸ナトリウム	13.8	71.4
アルミノケイ酸ナトリウム	61.3	—
水	20.0	20.0
ポリエチレングリコール(MW=8000)	0	—
その他(未反応アルコール、硫酸塩、炭酸塩不純物)	5.9	8.6
ドウ状塊:デアグロメレーション比=1:4.12		

##### 実施例III

成分	重 量 %	
	仕上がり製品	ドウ状塊
$\text{C}_{14-15}$ アルキル硫酸ナトリウム	59.3	72.9
アルミノケイ酸ナトリウム	14.2	—
水	12.7	11.0
ポリエチレングリコール(MW=8000)	8.1	10.0
その他(未反応アルコール、硫酸塩、炭酸塩不純物)	5.7	6.1

ドウ状塊:デアグロメレーション比=4.35:1

実施例IIの洗剤組成物は下記のように、Cuisinart® DLC-10 Plus Food Processor の中で製造される。Cuisinart® は14.3m/秒のチップ速度に設定される。約453グラムの組成物が形成される。

Cuisinart® に所要アルミノケイ酸ナトリウム(20%水和物)の54%を装入する。

つぎにアルキル硫酸ナトリウムを混合しながら140°F(60℃)の低水分界面活性剤ペースト(71% C<sub>14-15</sub> AS、20%水)として添加する。この実施例においてASペーストはドウ状塊として作用し、混練されない。ASペーストは、混合塊がひきわりドウ状となるまで添加される。つぎに追加量のアルミノケイ酸ナトリウムを添加して、混合塊をさらにアグロメレートする。つぎにCuisinart<sup>®</sup>が約3/4充填されるまで、ASペーストとアルミノケイ酸ナトリウムの添加を繰り返す。得られる粒子をふるい分けして、65タイラメッシュ(約208ミクロン)粒徑分布上でスルー14タイラメッシュ(約1180ミクロン)を得る。得られる粒状洗剤生成物は770g/Lのカサ密度とすぐれた流動特性(粘着なし)を有する。

実施例Ⅲの洗剤組成物を、下記のようにしてElirich<sup>®</sup> Intensive Mixerを使用して製造する。約5kgの組成物を得た。Elirich<sup>®</sup> Intensive Mixer

成分	重 量 %	
	仕上がり製品	ドウ状塊
酒石酸モノおよびジコハク酸(約80%モノコハク酸)	25.8	34.4
ポリアクリル酸ナトリウム(MW=4500)	19.4	15.9
アルミノケイ酸ナトリウム(水和ゼオライトA、平均粒徑3-5ミクロン)	19.0	—
炭酸ナトリウム	1.0	—
水	27.5	30.0
その他(不純物および未反応物質を含む)	残量	残量

ドウ状塊：デアグロメレーション利比=3:1

酒石酸とポリアクリレートナトリウムとの30%水性系は実施例ⅡおよびⅢに記載のドウ状塊と同様の特性を示す。この「重合体/ビルダ」ドウ状塊を実施例ⅡおよびⅢに記載のアルミノケイ酸ナトリウムによって造粒する。

に低水分のC<sub>14-15</sub>アルキル硫酸ナトリウム(73% C<sub>14-15</sub> AS、11%水、10%PEG-8000)を装入し、30秒間剪断する。(この低水分アルキル硫酸塩は実施例Ⅱに記載の洗剤ドウ状塊として作用する)26.2m/秒のロータチップ速度で混合しながら、この低水分アルキル硫酸塩に対してアルミノケイ酸ナトリウム(ゼオライト)を添加する。ミキサの剪断作用と、アルミノケイ酸ナトリウムのデアグロメレーション作用とが結合して、粒状洗剤粒子を形成する。つぎに粒子を実施例Ⅱと同様によるふるい分けして、類似の粒徑分布を得る。得られる洗剤粒状物は661g/Lのカサ密度を有する。

#### 実施例Ⅳ

下記の洗剤組成物が実施例ⅡとⅢとによって製造される。この組成物は混入用無リン洗剤ビルダ粒子を成す。

出願人代理人 佐 藤 一 雄

第 1 頁の続き

⑤Int. Cl. \*

識別記号

庁内整理番号

//C 11 D 10/02  
1:14  
1:22  
1:72  
1:12  
3:37  
3:06  
3:08)